1/1 - (C) WPI / DERWENT

AN - 94-283314 ç35!

AP - JP930005825 930118

PR - JP930005825 930118

TI - 4,4'-Di: amino: benzo: phenone derivs. - in which no volatilisation occurs even by heating, thus useful as sensitiser

IW - DI AMINO BENZO PHENONE DERIVATIVE NO VOLATILE OCCUR EVEN HEAT USEFUL SENSITIVE

PA - (FUJF ) FUJI PHOTO FILM CO LTD

PN - JP6211759 A 940802 DW9435 C07C225/22 014pp

ORD - 1994-08-02

FS - CPI

DC - E13 E14 G06

AB - J06211759 4,4'-Diaminobenzophenone derivatives of formulae (I) or (II) are new. In (I) R1, R2 and R3 = 1-20 alkyl gp.; R4 = H, 1-40C alkyl gp. or 6-40C aryl gp.; n = an integer of 3 to 20; X = -0-. -0-C0-, -NR5, -C0- or -NR6-; R5, R6 = H, C, 1-40C alkyl gp. or 6-40C aryl gp.; R1 and R2 may be combined with each other to form a ring, or may form a ring to be condensed with benzene ring. In (II) n = an integer of 3 to 20; R7 = 1-40C alkylene gp.; and m = 0 or 1.

 USE/ADVANTAGE - Since the cpds. of this method are high molecular ones, no volatilisation occurs even by heating, remaining in the coating film in a high ratio, thus being effective as a sensitiser in exposure even

after heating.

In an example, to a mixt. of 20.0g of 4-diethylaminobenzamide and 16.1 g of N-n-butyl-N-(3-chloropropyl)amiline was added dropwise 8.4 ml of phosphorus oxychloride at room temp.. After exothermic reaction ceased, the reaction mixt. was stirred for 4 hours at 95 deg.C. The reaction mixt. was poured into 100 ml of ice-water, to which was added 14 ml of conc. HCl. The mixt. was stirred for one hour at room temp., to which was added 40 ml of a 40% aqueous soln. of NaOH to render to alkaline, followed by extraction with ethyl acetate twice. The organic layer was dried and concentrated to give 25.8 g of a yellow liq. crude prod. which was purified by chromatography to give 21.7 g of 4-diethylamino-4'-N-n-butyl-N-(3-chl oropropyl)aminobenzophenone. With 15 ml of N, N-dimethylacetamide were mixed 2 g of thus obtd. benzophenone deriv., 2 g of behenic acid, 0.7 g of sodium hydrogencarbonate and 3 g of potassium iodide. The mixt. was stirred for 2 hours at 65 deg.C. The reaction mixt. was poured into water, followed by extraction with ethyl acetate twice. The organic layer was conventionally dried and concentrated to give 3.5 g of a yellow liq. crude prod., which was purified by a column chromatography to afford 2.8 g of a yellow oily prod.

- (Dwg.0/0)

(19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公閱番号

特開平6-211759

(43)公開日 平成6年(1994)8月2日

(51) Int.Cl.5 '

識別記号 庁内整理番号

技術表示箇所

C 0 7 C 225/22

7457-4H

233/36

7106-4H

C 0 7 D 209/08 295/12 9284-4C

455/04

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 14 頁)

(21)出願番号

特順平5-5825

(71)出顧人 000005201

(22)出願日

平成5年(1993)1月18日

富士写真フイルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72)発明者 湯本 貞敏

静岡県富士宮市大中里200番地 富士写真

フイルム株式会社内

(72)発明者 柳原 直人

静岡県富士宮市大中里200番地 富士写真

フイルム株式会社内

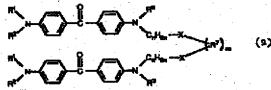
## (54) 【発明の名称】 4,4'ージアミノベンゾフェノン誘導体

(57) 【要約】 (修正有)

【目的】 高温下の加熱によって揮発しない増感剤であ る高分子量型およびピス型の4,4'ージアミノベンゾ フェノン誘導体を提供する。

【構成】 式1もしくは式2の4、4'ージアミノベン ゾフェノン.

(例えば、R1, R2 はエチル、R2 はプチル、nは 3, XII-O-CO-, R4 IIC2 1 H4 3)



(例えば、R¹, R² はエチル、R² はプチル、nは 3、Xは-O-CO-、R² は-C₄ Ha -、mは1)

408211758A | 3

AND SECTION S

Commission and

The transfer was the

【特許請求の範囲】

\*一般式 (1) 【化1】

【請求項1】 下記一般式(1)もしくは(2)で表される4,4'ージアミノベンゾフェノン誘導体。

式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup> およびR<sup>3</sup> は同一でも異なっていてもよく、炭素原子数1から20のアルキル基を表し、R<sup>4</sup> は水素原子、炭素原子数1から40のアルキル基もしく 10 は炭素原子数6から40のアリール基を表し、nは3か520の整数を表し、Xは一〇一、一〇一〇〇一、一NR<sup>5</sup> 一〇〇一もしくは一NR<sup>6</sup> 一を表し、R<sup>5</sup> およびR<sup>6</sup> は同一でも異なっていてもよく、水素原子、炭素原子※

※数1から10のアルキル基もしくは炭素原子数6から1 0のアリール基を表す。R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>は互いに結合して環を 形成していてもよく、ペンゼン環と結合する薬を形成し ていてもよい。

一般式 (2)

[化2]

式中、R'、R'、R' およびXは一般式(1)と同じ 基を表し、nは3から20の整数を表し、R'は炭素原 子数1から40のアルキレン基を表し、mは0または1 を表す。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、感光性の保護膜、印刷版、フォトレジスト、ブルーフ等の記録材料等の分野に 30 使用される光重合開始剤の増感剤に関するものである。 更に詳しくは、高分子量の新規な4, 4 ージアミノベンゾフェノン誘導体に関するものである。

[0002]

【従来の技術】光に曝すことにより分解して遊離基を生成する化合物(遊離基生成剤)はグラフィックアート、感光性記録材料の分野でよく知られている。それらは光重合性組成物中の光重合照始剤、遊離基写真組成物中の光活性剤および光で生じる酸により触媒される反応の光開始剤として広く用いられている。そのような遊離基生成剤を用いて印刷、複製、複写およびその他の記録材料系で有用な種々の感光性材料が作られている。

【0003】これらの開始剤は一般に単独では光に対する感度が低く、感度を高めるために増感剤と組み合わせることが提案されてきた。例えば、特公昭49-11936号明細書記載のアミノフェニルケトンと活性メチル又はアミノ化合物、特公昭48-38403号明細書記載のベンゾフェノンと4-N、N-ジメチルアミノベン

ゾフェノン等である。さらには、米国特許3,682,641号明細審中に記載のミヒラーズケトンとペンゾフェノン、特開昭59-78339号明細書記載のミヒラーズケトンとペンゾフェノンとトリハロメチル基含有化合物の組み合わせ等、ミヒラーズケトンが優れた増密剤であることが見出されてきている。しかし、これらミヒラーズケトンは低分子量のものしか知られておらず、例えば基材表面に移行、揮発することがある。ある場合においては、これは不快臭の原因となり、また作業深境保全の面からも好ましくない。また、更に揮発物は周辺な体に新たな問題をつくり出す。例えば、これは食品の包装カパーにおいて健康を書する恐れがある。さらに、高温下の加熱後の光照射において、増感剤の揮発による態度の低下の問題を引き起こす。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、安定 性の優れた高分子量の新規な4、4'ージアミノベンゾ フェノン誘導体を提供することである。

[0005]

【課題を解決する手段】本発明の目的は、下配一般式 (1)もしくは(2)で表される4,4'ージアミノベ ンゾフェノン誘導体により達成された。

一般式(1)

[0006]

【化3】

【0007】式中、R'、R'およびR'は同一でも異 なっていてもよく、炭素原子数1から20のアルキル基 を表し、R1 は水素原子、炭素原子数1から40のアル キル基もしくは炭素原子数6から40のアリール基を表 し、nは3から20の整数を表し、Xは-O-、-O-CO-、-NR\* -CO-もしくは-NR\* -を表し、 10 Ri およびRi は同一でも異なっていてもよく、水素原\*

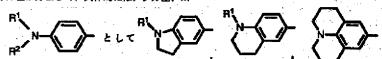
\*子、炭素原子数1から40のアルキル基をむくは炭素原 子数6から40のアリール基を表す。R2は互いに 結合して環を形成していてもよく、ペンゼン環と結合す る環を形成していてもよい。

一般式 (2) [0008] [化4]

【0 0 0 9】式中、R<sup>1</sup> 、R<sup>2</sup> 、R<sup>3</sup> およびXは一般式 20※エチル基、プロビル基、プチル基、ヘキシル基、オクチ (1) と同じ基を表し、nは3から20の整数を表し、 R' は炭素原子数1から40のアルキレン基を表し、m は0または1を表す。但し、各2個づつある置換基 Ri、Ri、Ri、及びnは各々同一でなくても良い。 【0010】一般式(1)および(2)に於いて、 R!、R! およびR! で表される基のうち炭素原子数2 から8のアルキル基が好ましく、具体的にはメチル基、※

ル基が好ましい。R'とR'が環を形成する場合、窒素原 ・子を含む5~7員環が好ましい。R1とR2がペンセン策 と縮合する環を形成する場合、次式で示されるものが好 ましい。

[0011] (化5]



【0012】一般式(1) および(2) に於いて、R\* で表される基のうち炭素原子数8から21のアルキル基 が好ましい。

【0013】一般式(1) および(2) に於いて、Xで 表される基のうち-O-CO-、-NR\*-CO-、-NR<sup>6</sup>ーが好ましい。

【0014】一般式(1) および(2) に於いて、R® およびR'で表される基のうち水素原子、炭素原子数8 から19のアルキル基が好ましい。

【0015】一般式(1) に於いて、nで表される整数 のうち3および4が好ましく、この場合、-C.Hz.-はそれぞれ- (CH2)1-および- (CH2)1 -を表 し、特には、3が好ましい。

【0016】一般式(1)に於いて、nとR\*の炭素原 子数とXの炭素原子数の総和は11から55が好まし く、特には11から25が好ましい。

【0017】一般式(2)に於いて、mは1が好まし く、この場合、R1 で表される基のうち炭素原子数2.23 よび4のアルキレン鎖が好ましく、特には、4のアルキ レン鎖が好ましい。

【0018】一般式(2)に於いて、2nとR<sup>7</sup>の炭素 原子数とXの炭素原子数の総和は8から31が好まし く、特には10および12が好ましい。具体例として は、以下の化合物が挙げられる。

[0019] 【化6】

特開平6-21175

(4)

2. Me 
$$N - C_4H_0$$
  $C_4H_0C-COC_{10}H_{21}$ 

4. Me N 
$$C_3H_6N(C_8H_{17})_2$$

$$8. \qquad \begin{picture}(20,20) \put(0,0){\line(1,0){100}} \put(0,0){\line(1,$$

11. Et 
$$N - C - C - N - C - C_8H_{17}$$

[0021]

特別平6-211759

$$15. \sum_{C_3H_7}^{E_1} N - \sum_{C_2H_8N(C_2H_{17})_2}^{O} - \sum_{C_3H_8N(C_2H_{17})_2}^{O} + \sum_{C_3H_8N(C_2H_{17})_2}^{O} + \sum_{C_3H_8N(C_3H_{17})_2}^{O} + \sum_{C_3H_1N(C_3H_1)_2}^{O} + \sum_{C_3H_1N(C_3H_1N_1)_2}^{O} + \sum_{C_3H$$

[0022]

21. C.H., N. C.H.O.C.C.H.

22.  $C_0H_{17}$  N  $C_0H_{17}$  N  $C_3H_0$ NH-COC $_0H_{17}$ 

24. C<sub>8</sub>H<sub>17</sub> N C<sub>9</sub>H<sub>17</sub> N C<sub>9</sub>H<sub>17</sub> C<sub>9</sub>H<sub>17</sub> C<sub>12</sub>H<sub>28</sub>

25. C<sub>8</sub>H<sub>17</sub> N N N N N N N N C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O-COC<sub>14</sub>H<sub>20</sub>

26. C<sub>8</sub>H<sub>17</sub> N C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O-COC<sub>21</sub>H<sub>43</sub>

27. C<sub>8</sub>H<sub>17</sub> N C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>NH-COC<sub>17</sub>H<sub>28</sub>
[(0 0 2 3)]

---687---

(8) 特開平6-211759

30. 
$$C_9H_{17}$$
 N  $C_4H_9OC_{12}H_{25}$ 

39. 
$$\begin{pmatrix} c_8 H_{17} \\ c_8 H_{17} \end{pmatrix} N - \begin{pmatrix} c_8 H_{17} \\ c_8 H_{17} \end{pmatrix} N - \begin{pmatrix} c_8 H_{17} \\ c_8 H_{17} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_8 H_{17} \\ c_8 H_{17} \\ c_8 H_{17} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_8 H_{17} \\ c_8 H_{17} \\ c_8 H_{17} \\ c_8 H_{17} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_8 H_{17} \\ c_8 H_{17} \\$$

41. 
$$\left(\begin{array}{c} \\ \\ \\ \\ \end{array}\right)^{0} = \left(\begin{array}{c} \\ \\ \\ \end{array}\right)^{C_{4}H_{6}} \\ C_{4}H_{8}O\text{-COCH}_{2}CH_{2} \\ \end{array}\right)^{2}$$

[0025]

特開平6-211759

【0026】本発明に係わる4、4'ージアミノペンゾ フェノン誘導体は既知の方法により製造できる。4, カルポニル基に対して対称な化合物を製造する場合には ジエチルアニリンとホスゲンを塩化アルミニウムの存在 下反応させる方法が用いられるが、本発明に係わるペン

ソフェノン誘導体のようにカルポニル基に対して非対称 な化合物を製造する場合には上記の方法とは異なる方法 4'-ビス (ジエチルアミノ) ペンゾフェノンのような 30 が好ましい。一例として一般式 (1) の化合物の製造方 法を示す。

[0027] 【化13】

11

(工程1)

(工程2)

【0028】式中、R<sup>3</sup>、R<sup>3</sup>は水素原子、炭素原子数1 から4のアルキル基、フエニル基を表し、Yはハロゲン 原子、ヒドロキシ基、アルキルスルホニル基、アリール スルホニル基を表す。

【0029】工程1に於いて、溶媒を使用してもよく、溶媒としては炭化水素系溶媒またはハロゲン系溶媒が好 30ましい。反応温度は20℃から120℃が好ましく、特には40℃から100℃が好ましい。工程1に於いて、アミド化合物とジアルキルアニリン化合物の使用モル比は1:0.8から1:5が好ましく、特には1:0.95から1:3が好ましい。工程1に於いて、アミド化合物とオキシ塩化リンの使用モル比は1:1から1:6が好ましく、特には1:1から1:6が好ましく、特には1:1から1:4が好ましい。工程1に於いて、Yがヒドロキシ基の場合、反応中にヒドロキシ基が塩素化されるために、生成物はそのまま工程2に使用することができる。 40

【0030】工程2に於いて、溶媒を使用することが好ましく、溶媒としては極性溶媒が好ましい。具体的には、水、N、Nージメチルアセトアミド、N、Nージメチルホルムアミド、アセトニトリル、Nーメチルピロリドン、スルホラン、ジメチルスルホキシド、アセトンな\*

\*どが好ましい。工程2に於いて使用する縮合剤としては アルカリ金属、アルカリ土類金属の塩が好ましく、ナト リウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムなどの塩 が好ましい。具体的には、炭酸水素ナトリウム、炭酸水 素カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、酸化カル シウム、酸化マグネシウムなどが好ましい。工程2に於 いて助剤を使用してもよく、助剤としてはアルカリ金属 のヨード塩、アンモニウム塩、クラウンエーテルなどが 好ましい。特には、ヨウ化ナトリウム、ヨウ化カリウ ム、ヨウ化テトラブテルアンモニウム、塩化テトラエチ ルアンモニウム、17-クラウンエーテルなどが好まし い。反応温度は、35℃から120℃が好ましく、特に は45℃から100℃が好ましい。以下に本発明の実施 何を示すが、本発明はこれに限定されるものではない。

[0031]

の 【実施例】

実施例1 化合物ー6の合成

[0032]

(化14)

[0033] 4ージエチルアミノベンズアミド20.0 50 g、N-n-ブチル-N-(3-クロルプロビル)アニ

リン16.1gの混合物に室温でオキシ塩化リン8.4 mlを滴下した。発熱がおさまった後、95℃で4時間、加熱撹拌した。反応混合物を氷水100mlにあけ、濃塩酸14mlを加え、室温で1時間撹拌した。40%水酸化ナトリウム水溶液40mlを加え、アルカリ性とした後、酢酸エチルで二度抽出し、有機層を常法により乾燥、濃縮し、黄色の液状粗生成物25.8gを得た。これをクロマトグラフィーにて精製し、黄色油状物である4ージエチルアミノー4′-N-n-ブチル-N-(3-クロルプロピル)アミノベンゾフェノン21.7gを得た。

[0034] 'HNMR (CDCia)

6 (TMS, ppm) 7.72-7.79(4H, m), 6.62-6.68(4H, m), 3.59 (4H, t), 3.34-3.46(6H, m), 2.09(2H, q), 1.63(2H, q), 1.33-1.44(2H, m), 1.10-1.28(6H, m), 0.97(3H, t),

【0035】このようにして得たペンゾフェノン誘導体\*

\*2g、ベヘン酸2g、炭酸水素ナトリウム0.7g、ヨウ化カリウム3gをN、Nージメチルアセトデミド15mlに混合し、65℃で2時間撹拌した。反応混合物を水にあけ、酢酸エチルで二度抽出し、有機層を常法により乾燥、濃縮し、黄色の液状粗生成物3.5gを得た。カラムクロマトグラフィーにて精製し、黄色油状物である具体的化合物例6の化合物2.8gを得た。

[0036] HNMR (CDCL1)

ô (TMS, ppm) 7.74-7.79(4H, m), 6.62-6.69(4H, m), 4.16 0 (2H, 1), 3.34-3.51(8H, m), 2.35(2H, 1), 1.99(2H, q), 1.62(4H, m), 1.18-1.39(44H, m), 0.99(3H, 1), 0.89(3 H.4).

【0037】実施例2 化合物-36の合成 【0038】 【化15】

$$\begin{pmatrix} E_1 \\ N - \begin{pmatrix} 0 \\ -C \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} C_1H_0 \\ C_3H_6D - COCH_2CH_2 \end{pmatrix} \end{pmatrix}$$

【0039】実施例1で得たペンソフェノン誘導体2g、アジビン酸0.36g、炭酸水素ナトリウム0.7g、ヨウ化カリウム3gをN、Nージメチルアセトアミド15mlに混合し、75℃で4時間撹拌した。反応混合物を水にあけ、酢酸エチルで二度抽出し、有機層を常法により乾燥、濃縮し、黄色の液状粗生成物2.1gを得た。カラムクロマトグラフィーにて精製し、黄色油状物である具体的化合物例36の化合物1.7gを得た。

[0040] 'ENNOR (CDC13)

% 6 (TMS, ppm) 7.73-7.79(8E, m), 6.63-6.69(8E, m), 4.14
-4.19(4E, t), 3.40-3.49(12E, m), 3.36(4E, t), 2.40
(4H, t), 1.97(4E, q), 1.73(4E, m), 1.64 (4E, m), 1.40
(4E, t), 1.28(6E, t), 1.23(12E, t)

【0041】実施例3

化合物-26の合成

[0042]

(化16]

$$C_8H_{17}$$
 N  $C_3H_6O-COC_{21}H_{42}$ 

【0043】4ージーnーオクチルアミノベンズアミド27.9g、NーnープチルーNー(3ークロルプロピル)アニリン28.9gの混合物に室温でオキシ塩化リン8.4m1を満下した。発熱がおさまった後、95℃で4時間、加熱撹拌した。反応混合物を水水100m1にあけ、濃塩酸14m1を加え、室温で1時間撹拌した。40%水酸化ナトリウム水溶液40m1を加え、アルカリ性とした後、酢酸エチルで二度抽出し、有機層を常法により乾燥、濃縮し、黄色の液状粗生成物40.3gを得た。これをクロマトグラフィーにて精製し、黄色油状物である4ージーnーオクチルアミノー4′ーNーnープチルーNー(3ークロルプロピル)アミノベンゾフェノン27.0gを得た。

[0044] 'ENNR (CDCI:)

δ (TMS, ppm) 7.76(4H, m), 6.68(2H, m), 6.62(2H, d), 3.63 (2H, t), 3.57(2H, t), 3.28-3.42(6H, m), 2.10(2H, t), 1.5

8-1.70(6H, m), 1.22-1.45(22H, m), 0.99(SH, m), 0.90(6H, m)

【0045】このようにして得たペンソフェノン誘導体 1.6g、ペヘン酸1g、炭酸水素ナトリウム0.4 g、ヨウ化カリウム2gをN、Nージメチルアセトアミ ド4m1に混合し、100℃で6時間撹拌した。反応混 合物を水にあけ、酢酸エチルで二度抽出し、有機層を常 法により乾燥、濃縮し、黄色の液状粗生成物2.6gを 得た。カラムクロマトグラフィーにて精製し、黄色油状 物である具体的化合物例26の化合物2.0gを得た。

[0046] HNMR (CDCI:)

δ (TMS, ppm) 7.75(4H, d), 6.65(2H, d), 6.61(2H, d), 4. 15(2H, m), 5.70(2H, t), 3.20-3.40(6H, m), 2.35(2H, t), 1.97(2H, m), 1.55-1.70(12H, m), 1.20-1.40(54H, m), 0.85-0.94(12H, m)

50 【0047】実施例4

---692--

23

化合物ー27の合成 [0048]

\*【化17】

【0049】実施例3で得たペンソフェノン誘導体2. 9g、ステアラミド1.2g、炭酸カリウム1.6g、 ヨウ化カリウム3gをN、N-ジメチルアセトアミド5 m 1 に混合し、8 0 ℃で4 時間撹拌した。反応混合物を 20 m), 0,98(3M,m)0.85-0.93(9M,m) 水にあけ、酢酸エチルで二度抽出し、有機層を常法によ り乾燥、濃縮し、黄色の液状粗生成物3.0gを得た。 カラムクロマトグラフィーにて精製し、黄色油状物であ る具体的化合物例27の化合物2.4gを得た。

※ ô (TMS, ppm) 7.75(4H, d), 6.68(2H, d), 6.61(2H, d), 3. 63(1H, t), 3.56(1H, t), 3.28-3.42(8H, m), 2.11(2H, m), 1.96(2H, m), 1.55-1.70(12H, br), 1.20-1.47(46H,

【0051】実施例5

化合物-29の合成

[0052]

【化18】

$$C_{\theta}H_{17}$$
 N  $C_{3}H_{\theta}NH-C_{18}H_{37}$ 

【0 0 5 3】実施例4のステアラミド1. 2gをステア 20★27-3.43(81, 1), 2.38-2.52(41, 1), 1.70-1.80(21, 1), 1. リルアミン1. 4gにかえた他は実施例4と同様な操作 を行って黄色油状物である具体的化合物例29の化合物 0.6gを得た。

[0054] 'HNMR (CDC1:)

[0050] HNNOR (CDCla)

δ (TMS, ppm) 7.75(4H, d), 6.65(2H, d), 6.61(2H, d), 3. ★

55-1.69(12H, m), 1.20-1.40(48H, m), 0.83-0.95(12H, m) 実施例6

化合物-28の合成

[0055]

【化19】

$$C_8H_{17}$$
 $C_8H_{17}$ 
 $C_8H_{17}$ 
 $C_8H_{17}$ 
 $C_8H_{17}$ 
 $C_9H_8N$ 
 $C_9H_8N$ 
 $C_9H_8N$ 
 $C_9H_9$ 
 $C_9H_9$ 
 $C_9H_9N$ 

【0056】実施例4のステアラミド1.2gをジ(2 30☆28-3.42(8H,m),2.36(2H,t),2.13(2H,d),1.50-1.80(1 -エチルヘキシル) アミン1.2gにかえた他は実施機 4と同様な操作を行って黄色油状物である具体的化合物 例28の化合物2、4gを得た。

[0057] 'HNMR (CDCl<sub>3</sub>)

ō (TMS, ppm) 7.75(4H, d), 6.65(2H, d), 6.61(2H, d), 3. ★ <処方A>

OH. m). 1.18-1.50(38H. m). 0.80-0.95(21H. m)

[0058] 実施例7

以下の<処方A>から成る感光性液をガラス基板上に整 布し、乾燥させた。(「部」は重量部である)

ベンジルメタクリレート/メタクリル酸共重合体 (共重合モル比=73/27、粘度=0.12)

60部

2. 4部 2808

熱処理後の吸光度

化合物Aの残存率= -X 1 0 0

熱処理前の吸光度

【0061】実施例8

以下の〈処方A〉から成る感光性液をガラス基板上に塗 布し、乾燥させた。(「部」は重量部である)

化合物A

メチルエチルケトン

【0059】化合物Aとしては、実施例1~6に示した 化合物、及び比較例として4、4°-ビス(ジエチルア ミノ) ベンソフエノンを用いた。得られた試料に、15 0℃の熱処理を20分間行った試料も作成した。

【0060】上記熱処理前後の試料について、365n mにおける吸光度を測定し、下記式で定義する化合物A の残存率を評価した。結果を表1に示す。

ベンジルメタクリレート/メタクリル酸共重合体 (共重合モル比=73/27、粘度=0.12) 60部

ベンタエリスリトールテトラアクリレート

2. 4部 2- (0-クロロフエニル) -4, 5-ジフエニル

イミダゾール2量体

エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート メチルエチルケトン・

-560部 280部

2. 5部

26

43.24

【0062】化合物Aとしては、実施例1~6に示した 化合物、及び比較例として4、4°-ビス(ジエチルア ミノ) ペンソフエノンを用いた。得られた試料に、2 k

\*硬化させた。その後、更に220℃の熱処理を20分間 行い、完全硬化させた試料も作成した。以下、実施例7 と同様の方法で残存率を評価した。 結果を表1に示す。

Wの超高圧水銀灯を光源とする露光機を用いて露光し、\*10 【0063】

表1. 化合物Aの残存率

No.	Aの種類	残存率	
		1 1	- <b>८८</b> र.
. 1	実施例1の化合物	Δ	〇: 残存率70%以上
2	実施例2の化合物	Δ	△:残存率70%未満
3	.実施例3の化合物	Δ	50%以上
4	実施例4の化合物	0	×:残存率50%未満
. 5	実施例5の化合物	0	を表す。
6	実施例6の化合物	0	
7	4、4'-ピス(ジエチ	×	
	ルアミノ) ベンゾフ		
	エノン		

【0064】表1から、加熱処理をした後でも、本発明 ~ にかかる化合物の残存率が高いことが判る。

加熱によっても揮発せず、釜膜中に残存する率が高い。 従って、加熱後の露光においても増感剤として有効に働

[0065]

【発明の効果】本発明の化合物は高分子量であるため、